

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/002659

International filing date: 14 February 2005 (14.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-192223  
Filing date: 29 June 2004 (29.06.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 31 March 2005 (31.03.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

14. 2. 2005

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日      2004年 6月29日  
Date of Application:

出願番号      特願2004-192223  
Application Number:  
[ST. 10/C] :      [JP2004-192223]

出願人      独立行政法人物質・材料研究機構  
Applicant(s):

2005年 3月18日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小川

洋

【書類名】 特許願  
【整理番号】 03-MS-275R  
【提出日】 平成16年 6月29日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 B82B 1/00  
B82B 3/00  
C01B 31/02

【発明者】  
【住所又は居所】 茨城県つくば市千現一丁目 2番 1号 独立行政法人物質・材料研究機構内  
【氏名】 宮澤 薫一

【発明者】  
【住所又は居所】 茨城県つくば市千現一丁目 2番 1号 独立行政法人物質・材料研究機構内  
【氏名】 須賀 唯知

【特許出願人】  
【識別番号】 301023238  
【氏名又は名称】 独立行政法人物質・材料研究機構  
【代表者】 岸 輝雄  
【電話番号】 029-860-4627  
【連絡先】 部署名 研究業務部技術展開室

【先の出願に基づく優先権主張】  
【出願番号】 特願2004- 85588  
【出願日】 平成16年 3月23日

【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 257648  
【納付金額】 16,000円

【提出物件の目録】  
【物件名】 特許請求の範囲 1  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1

【書類名】特許請求の範囲

【請求項1】

フラーレン分子からなる中空構造部を持つ針状結晶。

【請求項2】

フラーレン分子がC<sub>60</sub>、C<sub>70</sub>以上の高次フラーレン、金属内包フラーレン又はフラーレン誘導体であることを特徴とする請求項1記載の針状結晶。

【請求項3】

加熱又は電子線により変性されたことを特徴とする請求項1又は2記載の針状結晶。

【請求項4】

閉じた形状もしくは穴が開いた形状を持つことを特徴とする請求項1ないし3のいずれかに記載の針状結晶。

【請求項5】

(1) フラーレンを溶解している第1溶媒を含む溶液と、前記第1溶媒よりもフラーレンの溶解能が小さな第2溶媒とを合わせる工程、(2) 前記溶液と前記第2溶媒との間に液一液界面を形成する工程、及び(3) 前記液一液界面にて炭素細線を析出させる工程を含む液一液界面析出法によるフラーレン分子からなる中空構造部を持つ針状結晶の製造方法。

【請求項6】

C<sub>60</sub>の白金誘導体を添加したC<sub>60</sub>の有機溶液にアルコール類を加えることによって行なう液一液界面析出法によってC<sub>60</sub>の針状結晶、中空構造部を持つC<sub>60</sub>針状結晶、白金もしくはC<sub>60</sub>白金誘導体を含むC<sub>60</sub>の針状結晶、又は白金もしくはC<sub>60</sub>白金誘導体を含む中空構造部を持つC<sub>60</sub>の針状結晶を製造する方法。

【請求項7】

C<sub>60</sub>の白金誘導体 (( $\eta^2$ -C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>) を添加したC<sub>60</sub>のトルエン飽和溶液とイソプロピルアルコールによる液一液界面析出法によって、C<sub>60</sub>の針状結晶、中空構造部を持つC<sub>60</sub>針状結晶、白金もしくは白金誘導体を含むC<sub>60</sub>の針状結晶、又は白金もしくはC<sub>60</sub>白金誘導体を含む中空構造部を持つC<sub>60</sub>の針状結晶を製造する方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】フラー・レン分子から成る中空構造を持つ針状結晶及びその製造方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、フラー・レン系炭素材料、特にフラー・レン分子から成る中空構造を持つ針状結晶（フラー・レン・シェルカプセル）及びその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

フラー・レン細線（フラー・レン・ナノ・ワイスカーナノ・ファイバー）は、内外の研究所、民間企業、大学で最近注目を集めており、開発競争が激化しつつある。本発明者らは、先に、液-液界面析出法を用いてフラー・レン細線を製造する方法を開発した（特許文献1、2、非特許文献1）。

【0003】

この方法は、フラー・レンを構成要素とする炭素細線を得るにあたり、（1）フラー・レンを溶解している第1溶媒を含む溶液と、前記第1溶媒よりもフラー・レンの溶解能が小さな第2溶媒とを合わせる工程、（2）前記溶液と前記第2溶媒との間に液-液界面を形成する工程、及び（3）前記液-液界面にて炭素細線を析出させる工程を含む炭素細線の製造方法である。また、本発明者らは、フラー・レン細線の成長中に可視光を照射することによって、著しく成長が促進されることを明らかにして来た（非特許文献2）。

【0004】

さらに、本発明者の宮澤は、C<sub>60</sub>ナノチューブを熱処理することにより非晶質炭素壁を持つフラー・レン・シェルチューブを発見した（非特許文献3、特願2003-346117）。

【特許文献1】特開2003-1600号公報

【特許文献2】米国特許出願公開20020192143号明細書

【非特許文献1】K. Miyazawa, Y. Kawasaki, A. Obayashi and M. Kuwabara, "C<sub>60</sub> nano whiskers formed by the liquid-liquid interfacial precipitation method", J. Mater. Res., 17[1] (2002) 83-88,

【非特許文献2】M. Tachibana, K. Kobayashi, T. Uchida, K. Kojima, M. Tanimura and K. Miyazawa, "Photo-assisted growth and polymerization of C<sub>60</sub> nano whiskers", Chemical Physics Letters 374(2003) 279-285

【非特許文献3】宮澤薰一, 工業材料, 52 [1] (2004) 24-25

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明は、新規な形状的特徴を持つフラー・レンを提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明は、C<sub>60</sub>やC<sub>60</sub>白金誘導体などのフラー・レン分子から構成される中空部を有するカプセル状の針状結晶（フラー・レン・シェルカプセル）を提供する。本発明者らは、先に、液-液界面析出法を用いてフラー・レン細線を製造する方法を開発したが、本発明は、この方法を応用して、C<sub>60</sub>フラー・レン分子とC<sub>60</sub>の白金誘導体で構成されるカプセル状針状結晶（フラー・レン・シェルカプセル）を作製することを可能とするものである。

【0007】

このフラー・レン・シェルカプセルは、C<sub>60</sub>などのフラー・レン分子からなる中空構造を持つ針状結晶であることに、その特徴を有する。このフラー・レン・シェルカプセルは、フラー・レン・ナノ・ワイスカーナノ・ファイバーの常温合成法として本発明者らが確立した液-液界面析出法によって初めて合成され、見出された物質である。フラー・レン分子から成る中空な針状結晶は今までに報告されていない。フラー・レン・シェルカプセルは新しい形態のフラー・レンであり、類例が無い。フラー・レン・シェルカプセルは、触媒担持材料、プラスチック複合材料素材、水素

などのガス貯蔵材料、燃料電池触媒などとしての用途を持つ。

【0008】

すなわち、本発明は、(1) フラーレン分子からなる中空構造部を持つ針状結晶である。

【0009】

また、本発明は、(2) フラーレン分子がC<sub>60</sub>、C<sub>70</sub>以上の高次フラーレン、金属内包フラーレン又はフラーレン誘導体であることを特徴とする上記(1)の針状結晶である。

【0010】

また、本発明は、(3) 加熱又は電子線により変性されたことを特徴とする上記(1)又は(2)の針状結晶である。

【0011】

また、本発明は、(4) 閉じた形状もしくは穴が開いた形状を持つことを特徴とする上記(1)ないし(3)のいずれかの針状結晶である。

【0012】

また、本発明は、(5) (1) フラーレンを溶解している第1溶媒を含む溶液と、前記第1溶媒よりもフラーレンの溶解能が小さな第2溶媒とを合わせる工程、(2) 前記溶液と前記第2溶媒との間に液-液界面を形成する工程、及び(3) 前記液-液界面にて炭素細線を析出させる工程を含む液-液界面析出法によるフラーレン分子からなる中空構造部を持つ針状結晶の製造方法である。

【0013】

また、本発明は、(6) C<sub>60</sub>の白金誘導体を添加したC<sub>60</sub>の有機溶液にアルコール類を加えることによって行なう液-液界面析出法によってC<sub>60</sub>の針状結晶、中空構造部を持つC<sub>60</sub>針状結晶、白金もしくはC<sub>60</sub>白金誘導体を含むC<sub>60</sub>の針状結晶、又は白金もしくはC<sub>60</sub>白金誘導体を含む中空構造部を持つC<sub>60</sub>の針状結晶を製造する方法である。

【0014】

また、本発明は、(7) C<sub>60</sub>の白金誘導体((η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)を添加したC<sub>60</sub>のトルエン飽和溶液とイソプロピルアルコールによる液-液界面析出法によって、C<sub>60</sub>の針状結晶、中空構造部を持つC<sub>60</sub>針状結晶、白金もしくは白金誘導体を含むC<sub>60</sub>の針状結晶、又は白金もしくはC<sub>60</sub>白金誘導体を含む中空構造部を持つC<sub>60</sub>の針状結晶を製造する方法である。

【発明の効果】

【0015】

本発明の形状的特徴を持つカプセル状フラーレンは、これまでに無かった。フラーレンシェルカプセルは、触媒担持材料、吸着剤、各種ガス貯蔵剤、軽量樹脂複合材料としての広い用途を持つ。使用後は、分解させてフラーレン分子を回収することにより、リサイクルすることが可能となる。本技術を発展させることにより、管壁がフラーレン分子のみからなる、中空なフラーレンナノファイバー(=“真性フラーレンシェルチューブ”)を作製する可能性が開かれる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0016】

本発明者らが開発した前記の液-液界面析出法は下記のとおりである。

【0017】

フラーレンを構成要素とする炭素細線を得るにあたり、(1) フラーレンを溶解している第1溶媒を含む溶液と、前記第1溶媒よりもフラーレンの溶解能が小さな第2溶媒とを合わせる工程、(2) 前記溶液と前記第2溶媒との間に液-液界面を形成する工程、及び(3) 前記液-液界面にて炭素細線を析出させる工程を含む。

【0018】

フラーレンシェルカプセルは、前記液-液界面析出法における結晶成長速度を制御することによって生成することを可能にするものであり、常温常圧環境下、白金誘導体を添加した有機溶液(第2溶媒)を用いるのみという、簡便なプロセスで製造可能である。この

プロセスは、通常の白色蛍光灯のもとで行なうことができるが、波長を選択した光のもとで行なっても良い。

### 【0019】

本発明の方法により閉じた形状もしくは穴が開いた形状を持つフラー・レン・シェル・カプセルを製造できる。例えば、フラー・レン誘導体、すなわち、C<sub>60</sub>の白金誘導体 ((η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>) を数重量パーセント添加したC<sub>60</sub>のトルエン飽和溶液とイソプロピルアルコールによる液一液界面を形成したガラスビンを、10℃～25℃(望ましくは20℃)で、1日～1ヶ月以上静置し、析出法によって、中空な構造を持つ針状結晶を得ることができる。 (η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>の添加量は、C<sub>60</sub>に対して1～10 mass%が望ましい。

### 【0020】

得られる針状結晶の直径は、10ナノメートルから100マイクロメートルオーダーの範囲にある大きさであり、10ナノメートルから数マイクロメートル以上の長さを持つ。また、長さに対する直径の比で定義されるアスペクト比は、1以上である。また、このようにして生じた針状結晶に電子線照射を施して、ナノメートルサイズの白金微粒子を析出させ、分散させることができる。この針状結晶は、600℃以上の真空熱処理や100keV以上の高エネルギーの電子線照射などの二次的作用によって、非晶質構造とさせることができる。

### 【0021】

さらに、本発明は、フラー・レン分子からなる中空ファイバー(真性フラー・レン・シェル・チューブ)を得る指針をも提供する。また、本方法は、上記フラー・レンのみならず、C<sub>70</sub>以上の高次フラー・レン、金属内包フラー・レンやC<sub>60</sub>[C(COOCH<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>]などのフラー・レン誘導体全般に適用することができる。

### 【実施例1】

#### 【0022】

##### <作製方法>

C<sub>60</sub>の白金誘導体である(η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>のトルエン飽和溶液を用意した。(η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>は、株式会社サイエンスラボラトリーズから購入した。トルエンは特級試薬を用いた。上記トルエンの飽和溶液を、適当な大きさ(内容量5mL～20mLの大きさが望ましい)の透明ガラスビンに、半分の高さまで入れ、冷却板上において、約20℃以下に冷却した。上記のガラスビンに、約20℃以下に冷却したイソプロピルアルコール(IPA、純度は特級が望ましい)を、ピペットを用いて、静かに滴下するか、ビン壁を伝わらせるかして、注ぎ込み、フラー・レンのトルエン溶液とIPAの液一液界面を形成させた。ここまでの一連の作業は、通常の白色蛍光灯のもとで行なった。上記の液一液界面を形成したガラスビンを、20℃で、13日～55日間静置し、針状結晶を成長させた。

##### <透過電子顕微鏡による観察>

図1には、(η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>のトルエン飽和溶液とイソプロピルアルコールの系による液一液界面析出法で作製した(η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>針状結晶のTEM像とそのHRTEM像及びFFT(高速フーリエ変換)图形を示す。HRTEM像から明らかなように、(η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>分子のC<sub>60</sub>ケージ同士の間隔は、0.98nmであって、C<sub>60</sub>ナノウイスカーカーにおけるC<sub>60</sub>分子の中心間距離と一致する。このことは、(η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>針状結晶が成長できるためには、C<sub>60</sub>分子が成長軸方向に稠密に配列することが必要であることを示しており、(η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>が長纖維のファイバーとなるための重要な指針が得られている。

### 【実施例2】

#### 【0023】

##### <作製方法>

(η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>を添加したC<sub>60</sub>飽和トルエン溶液を用意した。(η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>は、株式会社サイエンスラボラトリーズから購入した。C<sub>60</sub>は、純度99.5% (MTR社製)、トルエンは特級試薬を用いた。(η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>の添加量は、C<sub>60</sub>に対して6mass%とした。その他は実施例1の条件と同じ条件で針状結晶を成長させた。

## &lt;透過電子顕微鏡による観察&gt;

図2に、 $C_{60}-6\%(\eta^2-C_{60})Pt(PPh_3)_2$ 飽和トルエン溶液—I P Aの系で生じた $C_{60}$ の中空針状結晶（フーレンシェルカプセル）の透過電子顕微鏡（T E M）像の例を示す（J E M-4010, 400 k Vで観察）。図3に、フーレンシェルカプセルのカプセル部分の拡大図を示す。中空部の存在は、モアレフリンジが観察されることにより明らかである。

## 【0024】

閉じたフーレンシェルカプセルの他に、図4のT E M写真に示すように、穴が開いたフーレンシェルカプセルも作製できる。穴あきフーレンシェルカプセルは、官能基や触媒担持作業を容易にする。図5に、図3に示したフーレンシェルカプセルのE D X分析結果を示す。白金が検出されるので、 $C_{60}$ の白金誘導体 $(\eta^2-C_{60})Pt(PPh_3)_2$ が取り込まれていることが分かる。銅（C u）のピークは、観察に用いたT E Mのマイクログリッド支持体によるものである。

## 【0025】

図6に、図3の中心部分の高分解能T E M像（H R T E M）を示す。 $C_{60}$ ケージが1.0 nmの間隔で並んでいる様子が示されている。図5と図6から、図2と図3の物質は、 $(\eta^2-C_{60})Pt(PPh_3)_2$ を含む $C_{60}$ の中空針状結晶であることが明白である。図7に、 $(\eta^2-C_{60})Pt(PPh_3)_2$ を添加した空洞の無い $C_{60}$ 針状結晶のT E M像を示す。図8のT E M-E D X分析により、図7の $C_{60}$ 針状結晶が、白金誘導体を含むことが確認される。

## 【実施例3】

## 【0026】

実施例1で得られた針状結晶にエネルギー400 k e V, ビーム密度約200 p A c m<sup>-2</sup>の電子線照射を行った。図9に、非晶質となった $(\eta^2-C_{60})Pt(PPh_3)_2$ 添加 $C_{60}$ 針状結晶のT E M像を示す。図10には、図9の針状結晶に生じた白金ナノ粒子のH R T E M像と白金ナノ粒子の（111）面の格子像を示す。このような白金ナノ粒子が分散した $C_{60}$ 針状結晶は、燃料電池触媒として有用であることが期待される。

## 【実施例4】

## 【0027】

< $C_{60}$ ナノチューブ（中空ファイバー）及び中空部を持つ $C_{60}$ 針状結晶の作製方法>

$C_{60}-1m o 1\%(\eta^2-C_{60})Pt(PPh_3)_2$ 組成（ $C_{60}-2m a s s\%(\eta^2-C_{60})Pt(PPh_3)_2$ 組成）のフーレン粉末（M T R社製）をトルエン5 mLに超音波溶解して、飽和溶液を作製した。このフーレン飽和トルエン溶液を10 mLの透明ガラスビンに入れ、ほぼ等量のイソプロピルアルコール（I P A）を、ピペットを用いて静かに加え、下部がトルエン溶液、上部がI P Aとなるようにして液一液界面を形成した。液温は、20℃以下に保つた。このガラスビンを、低温恒温器に入れ、20℃で10日間保管した。

## &lt;透過電子顕微鏡による観察&gt;

このガラスビン中に生じた析出物を、カーボンマイクログリッドに載せて、透過電子顕微鏡（J E M-4010, 加速電圧400 k V）で観察した。図11に、直径340 nm, 壁厚4.6±0.9 nm, 5 μ m以上の長さを持つ $C_{60}$ ナノチューブ（ $C_{60}$ NT）を示す。この $C_{60}$ NTの壁には、ナノサイズの開口部が多数存在しているので、様々な分子をチューブの内部に取り込むことが可能であり、高い比表面積をもっていることがわかる。

## 【0028】

また、図12に図11の高分解能透過電子顕微鏡（H R T E M）像を示す。図12に示すように、この $C_{60}$ NTは、格子定数a=1.36±0.02 nmの面心立方晶（f c c）で指数付けできる。また、常温常圧の $C_{60}$ 分子結晶（f c c, 格子定数a=1.417 nm）に比べて、4%ほど $C_{60}$ 分子間の中心距離が縮小していることがわかった。

## 【0029】

図13には、よりアスペクト比の小さい $C_{60}$ NTのT E M像を示す。この図13中のAの $C_{60}$ NTの電子回折図形に示すように、結晶質であることがわかる。さらに、この $C_{60}$ NT表面は多数のナノサイズの開口部を有していることもわかる。

## 【0030】

図14に示すように、楔形の端部を持つC<sub>60</sub>のチューブ状構造（楔形中空C<sub>60</sub>針状結晶）も作製された。この図14の矢印で示すように、表面層が単結晶であることを示すモアレ縞が観察されている。また、この楔形中空C<sub>60</sub>針状結晶の表面は完全に閉じた構造を有していることがわかった。

## 【0031】

図15には、片端のみが閉じた構造を持つC<sub>60</sub>針状結晶を示す。針状結晶Aの矢印Cで示すように、モアレ縞が生じており、表面の殻構造C<sub>60</sub>の単結晶であることがわかる。また、Bは、およそ2の小さなアスペクト比を持つC<sub>60</sub>針状結晶であるが、形状から、中空構造部を持つC<sub>60</sub>結晶の成長は、殻構造が最初に形成され、内部がその後で充填されると成長メカニズムを提案できる。

## 【0032】

図16は上記の成長メカニズムを支持するものである。図16に、中空部Aを持つC<sub>60</sub>針状結晶の作製例である。中空部Aは、C<sub>60</sub>の針状結晶が、閉じた構造を持つ針状の結晶質殻構造が端部から成長して、内部を完全に充填できなかつたためと考えられる。成長軸に沿って、より明るい、密度の薄い構造ができていることを示す線形コントラストBは、空洞部が成長時に形成されたことを示唆する。

## 【産業上の利用可能性】

## 【0033】

本発明の方法によって得られるフラーレンシェルカプセルや真性フラーレンシェルチューブは、管壁がフラーレン分子からなるので、水酸基、マロン酸基、スルホン酸基などの官能基で内外を修飾することができるため、触媒、抗菌剤、活性酸素発生媒体など多様な機能を付与することができる。

## 【図面の簡単な説明】

## 【0034】

【図1】(η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>のトルエン飽和溶液とイソプロピルアルコールの系の液一液界面析出法を用いて作製した(η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>針状結晶のTEM像(a)とそのHRTEM像(b)。単位胞を長方形で示す。

【図2】フラーレンシェルカプセルのTEM像(400kV)。

【図3】C<sub>60</sub>フラーレンシェルカプセルのTEM像。

【図4】穴が開いたC<sub>60</sub>フラーレンシェルカプセルのTEM像。

【図5】C<sub>60</sub>フラーレンシェルカプセル(図3)の透過電子顕微鏡EDX分析。

【図6】図3のフラーレンシェルカプセルに対するHRTEM像。

【図7】(η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>を添加したC<sub>60</sub>針状結晶のTEM像。

【図8】C<sub>60</sub>のPt誘導体((η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)を含有するC<sub>60</sub>針状結晶(図7)のTEM-EDX分析。

【図9】電子線照射によって非晶質となった(η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>添加C<sub>60</sub>針状結晶のTEM像。

【図10】(a)(η<sup>2</sup>-C<sub>60</sub>)Pt(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>添加C<sub>60</sub>針状結晶を電子線照射することにより生じた白金ナノ粒子(粒子直径=3.2±0.8nm)と(b)白金ナノ粒子のHRTEM像。

【図11】C<sub>60</sub>ナノチューブのTEM像。

【図12】図11のC<sub>60</sub>ナノチューブのHRTEM像。

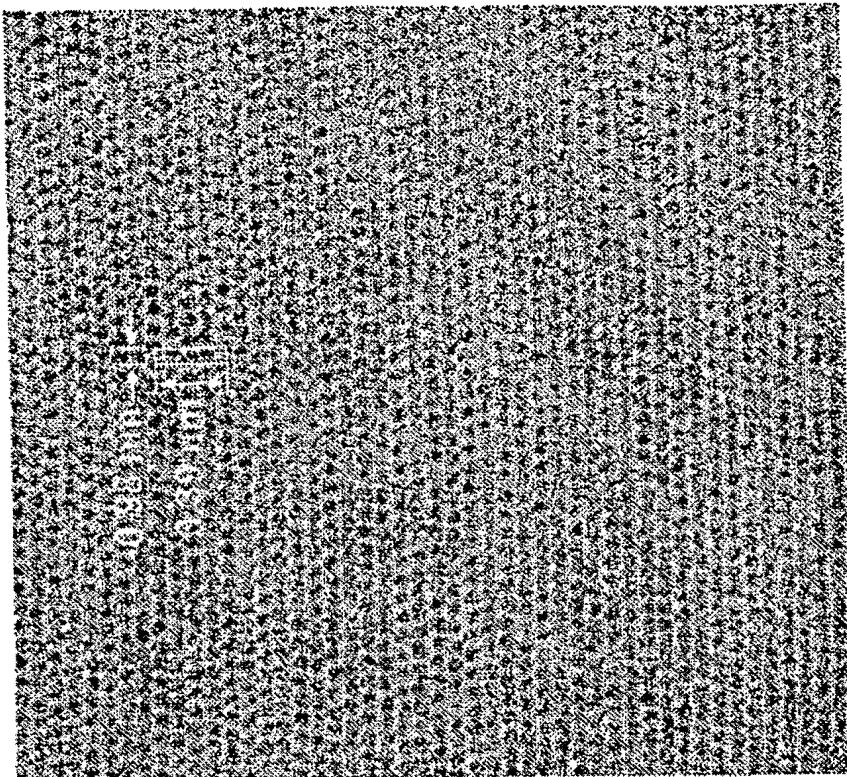
【図13】両端部が閉じた構造を持つC<sub>60</sub>ナノチューブのTEM像。

【図14】閉じた殻構造を持つ中空な楔形C<sub>60</sub>針状結晶のTEM像。

【図15】片端のみが閉じた構造を持つC<sub>60</sub>ナノチューブ(A, B)のTEM像。

【図16】中空部Aを持つC<sub>60</sub>針状結晶のTEM像。

【書類名】図面  
【図1】

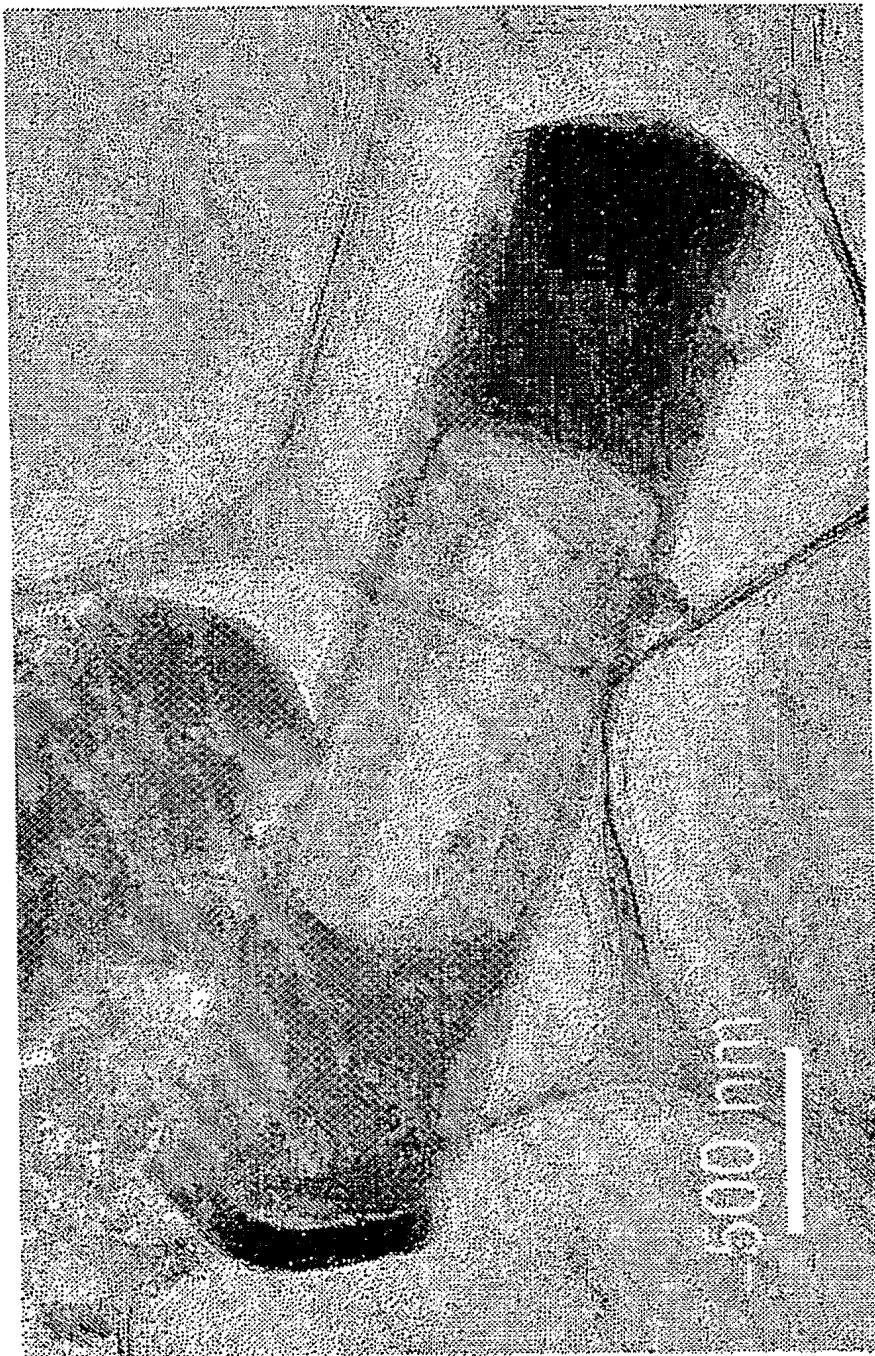


(b)

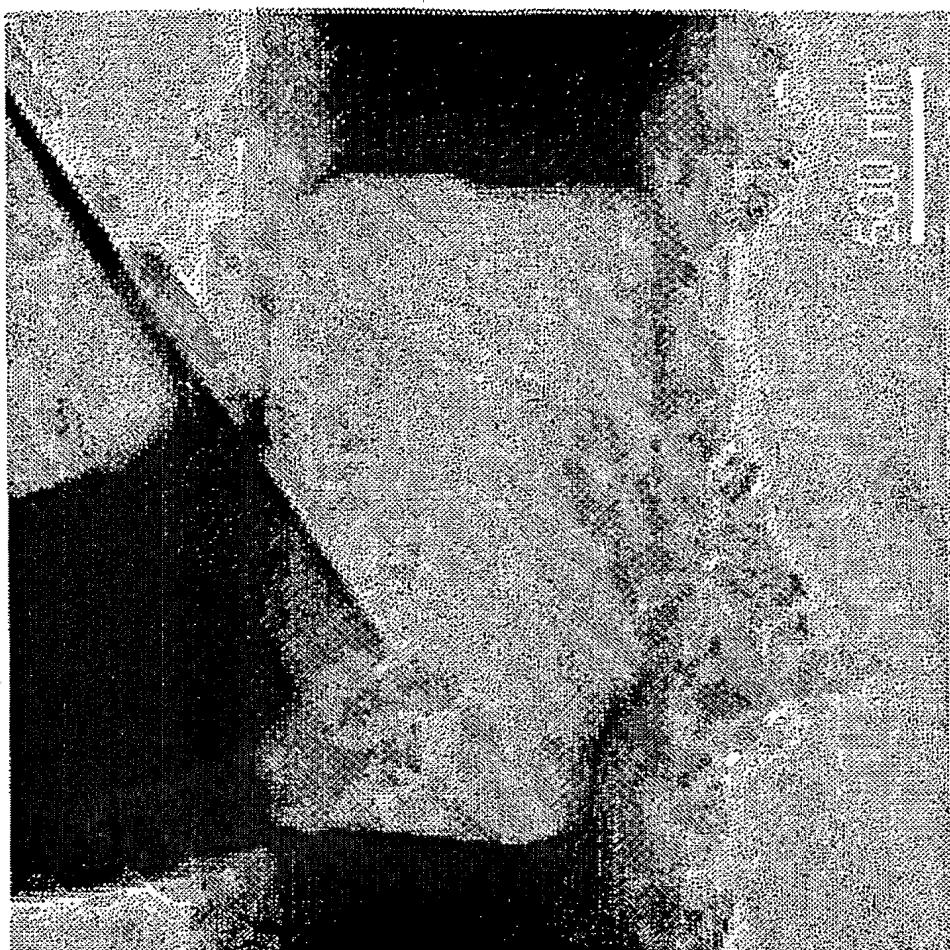


(a)

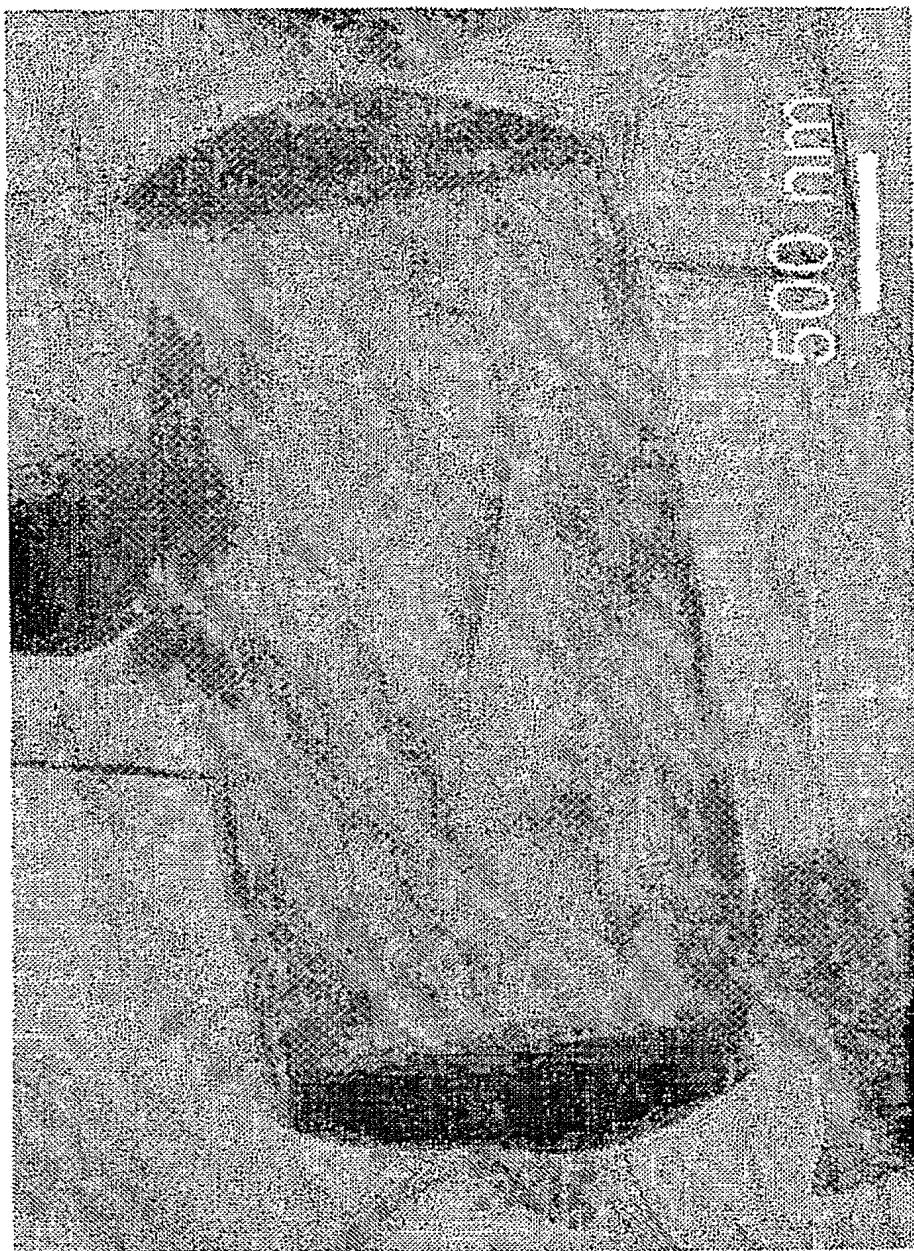
【図2】



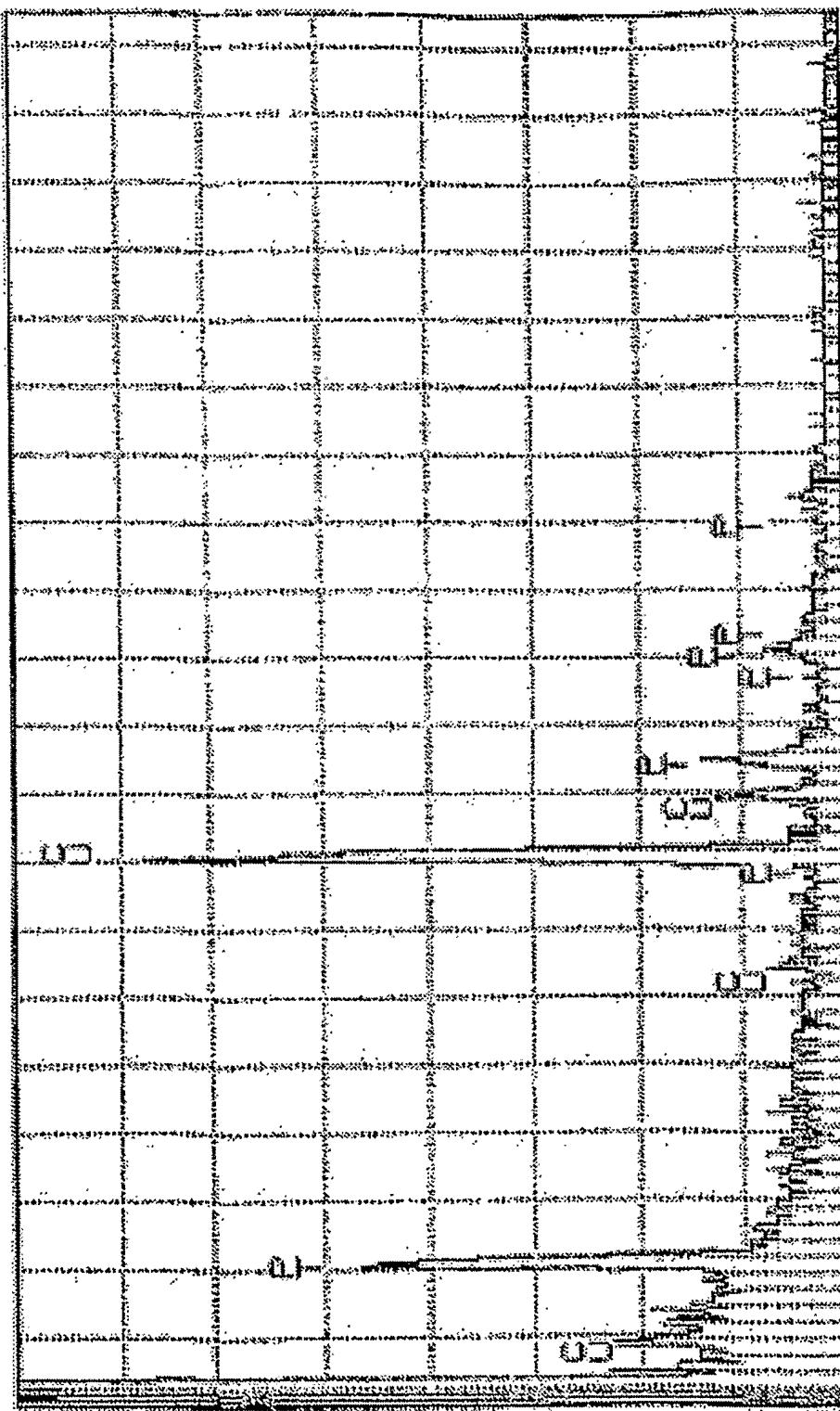
【図3】



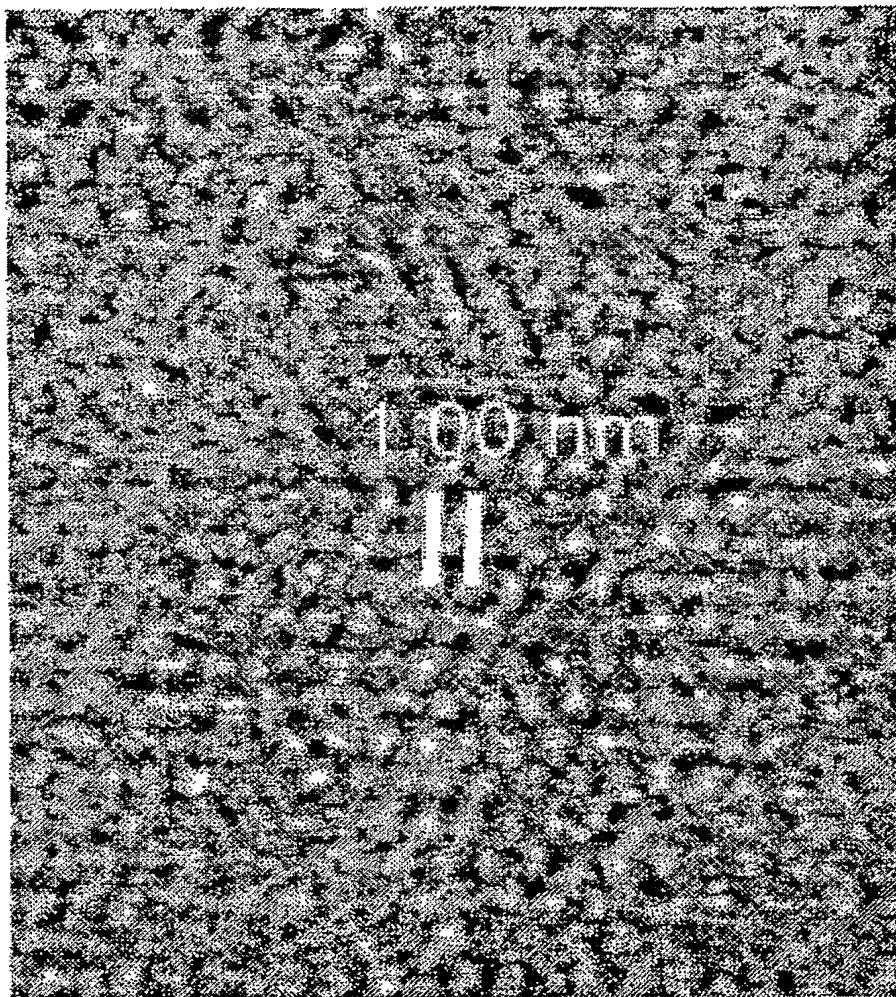
【図4】



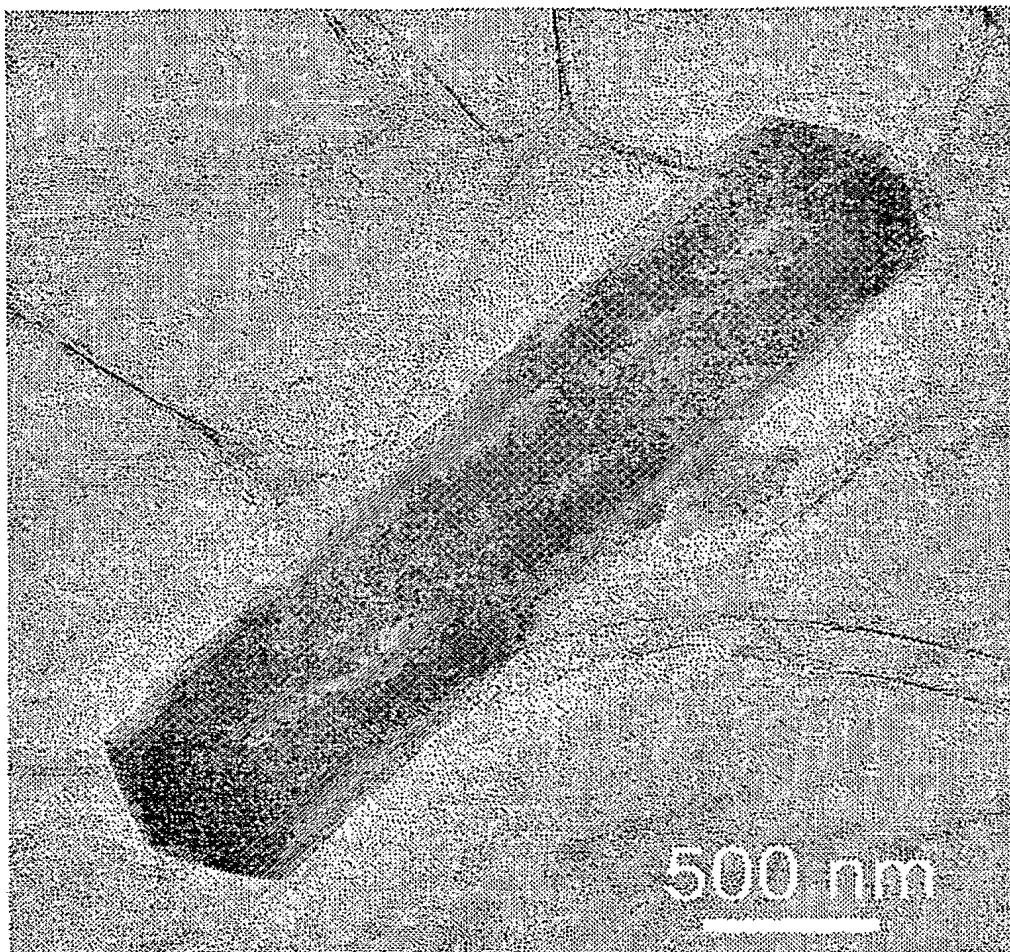
【図5】



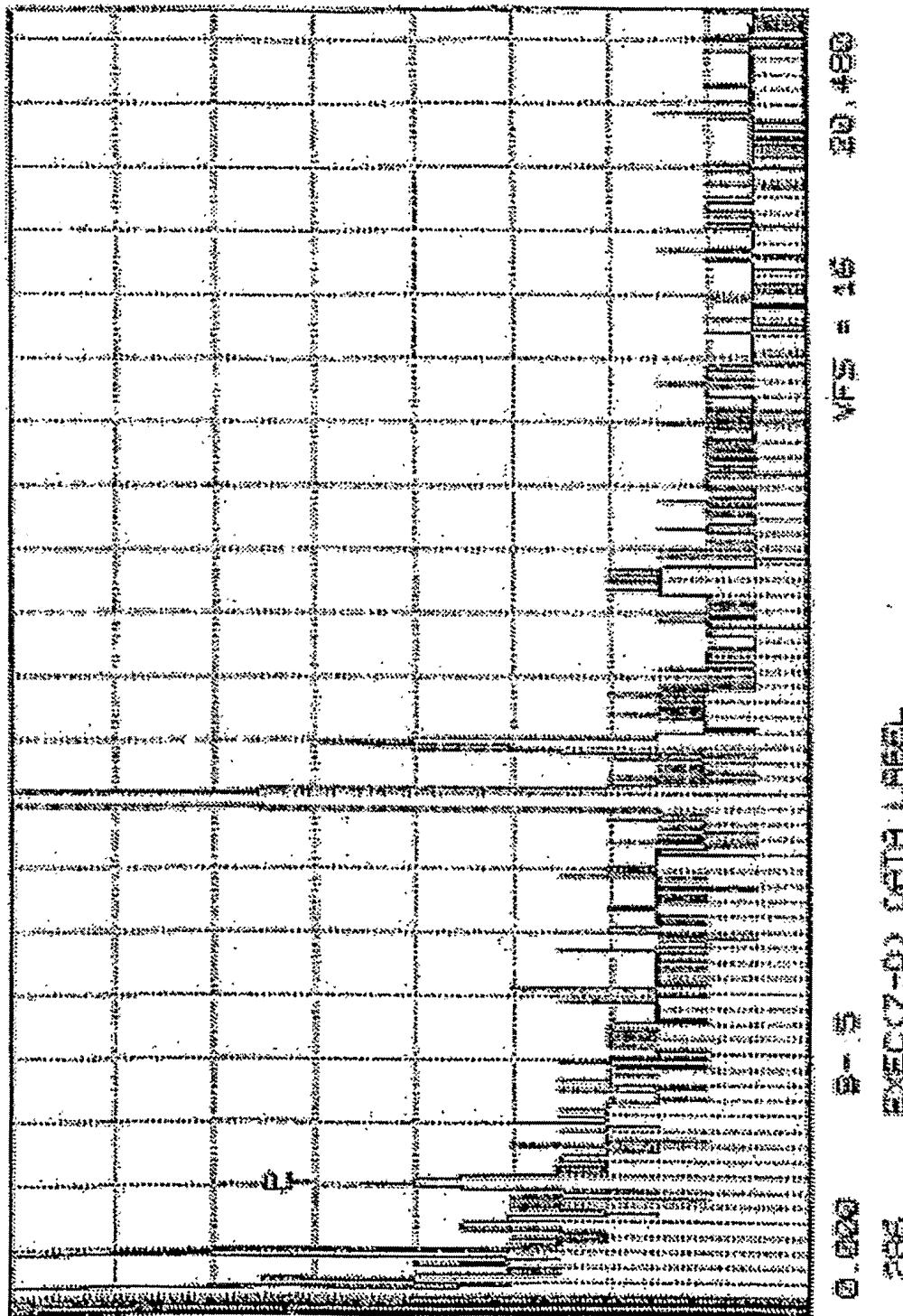
【図 6】



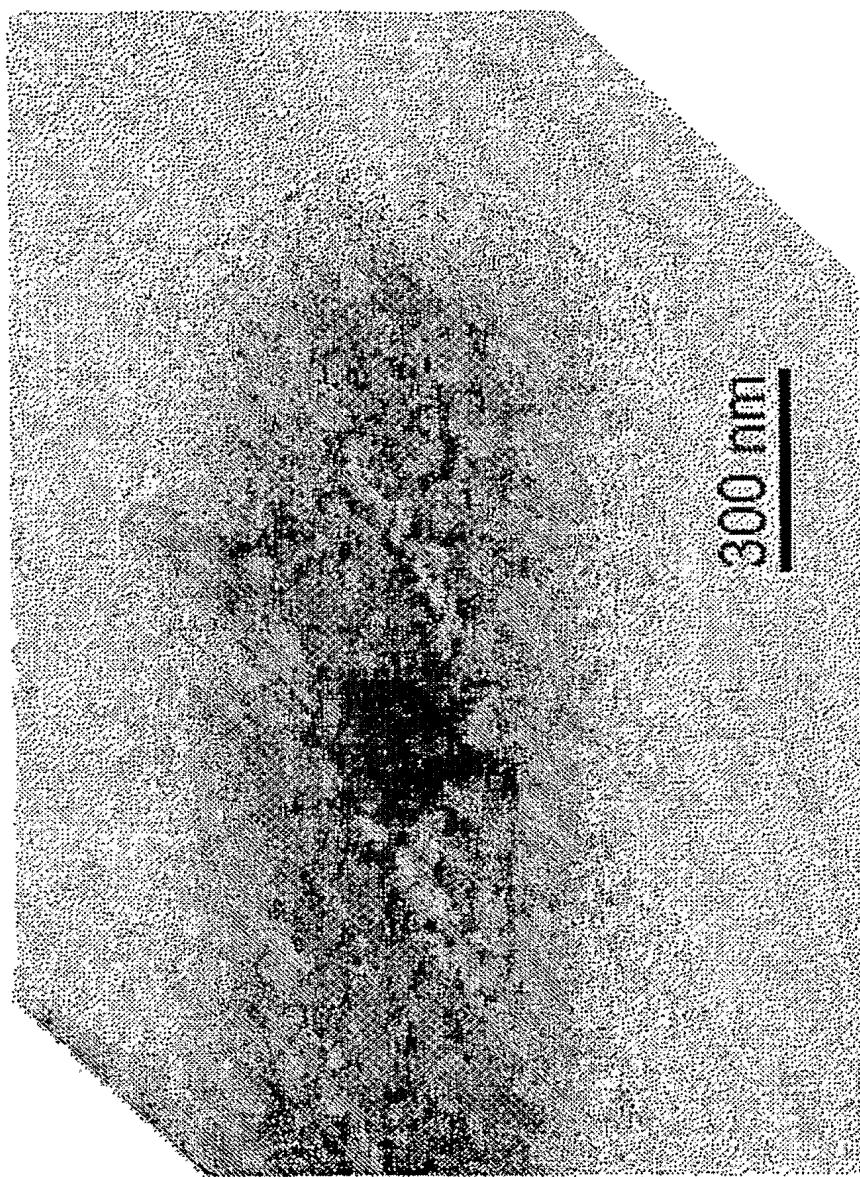
【図7】



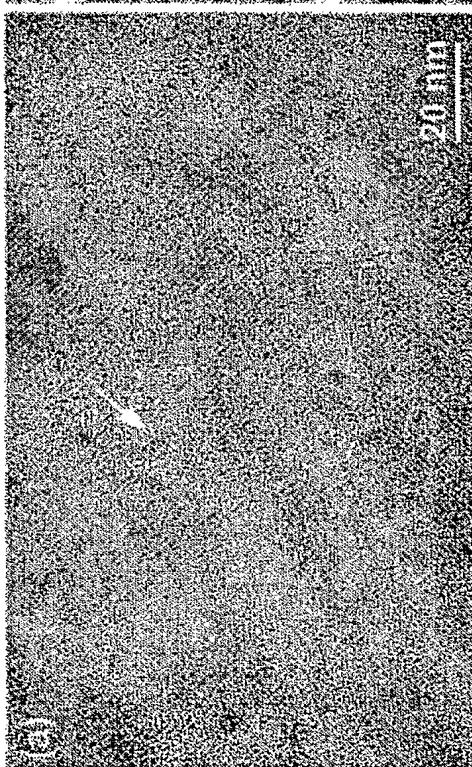
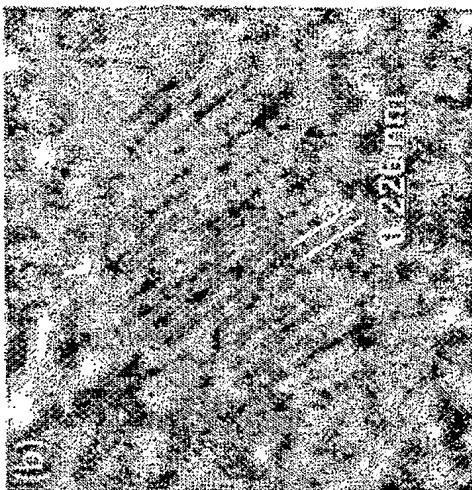
【図8】



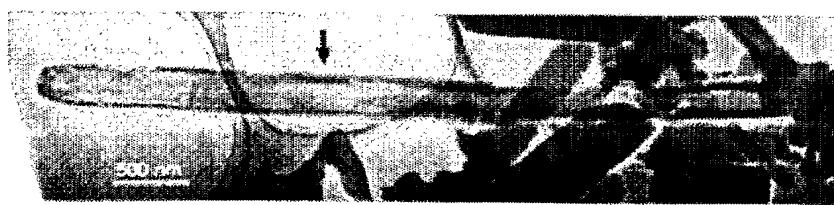
【図9】



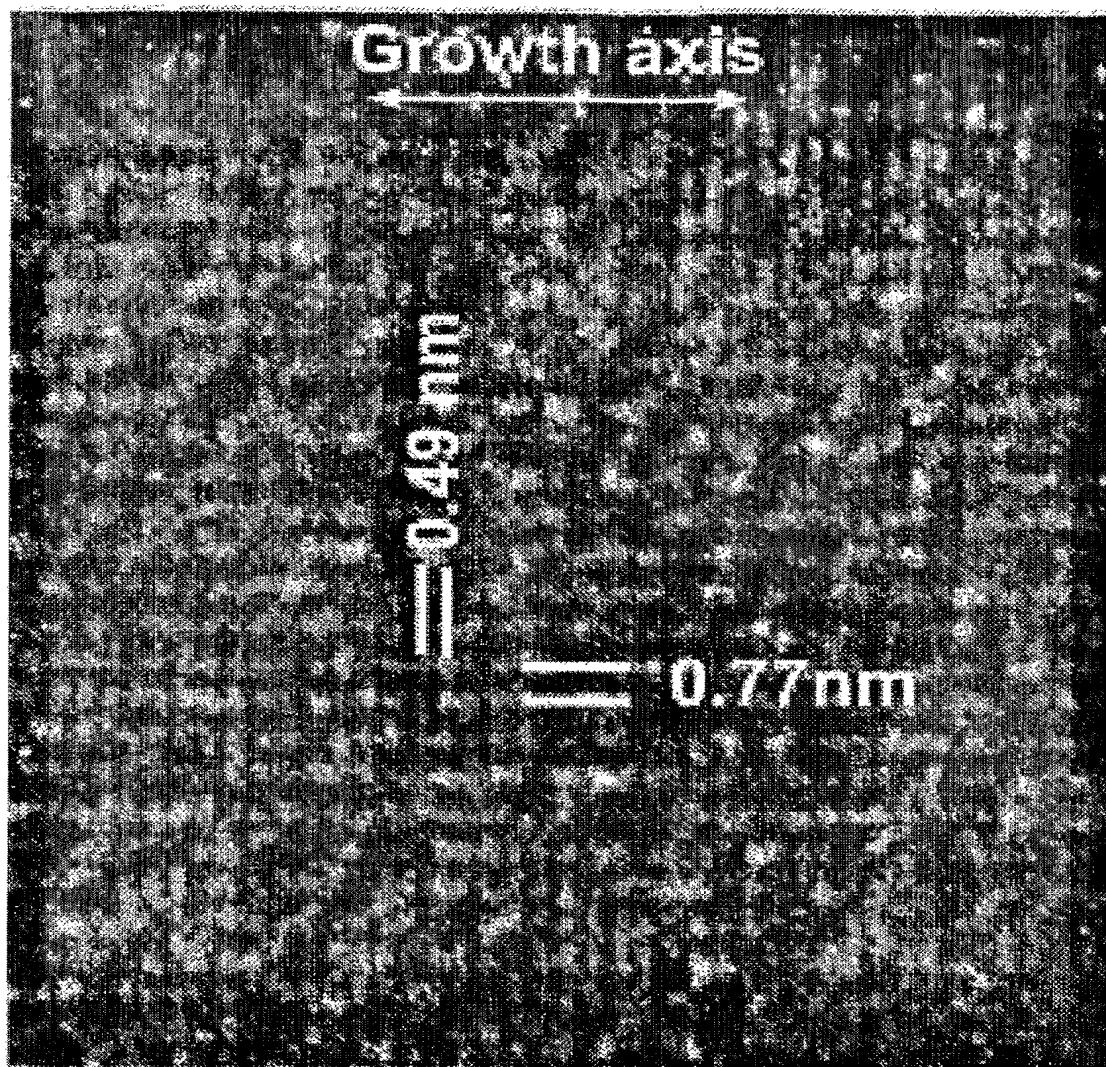
【図10】



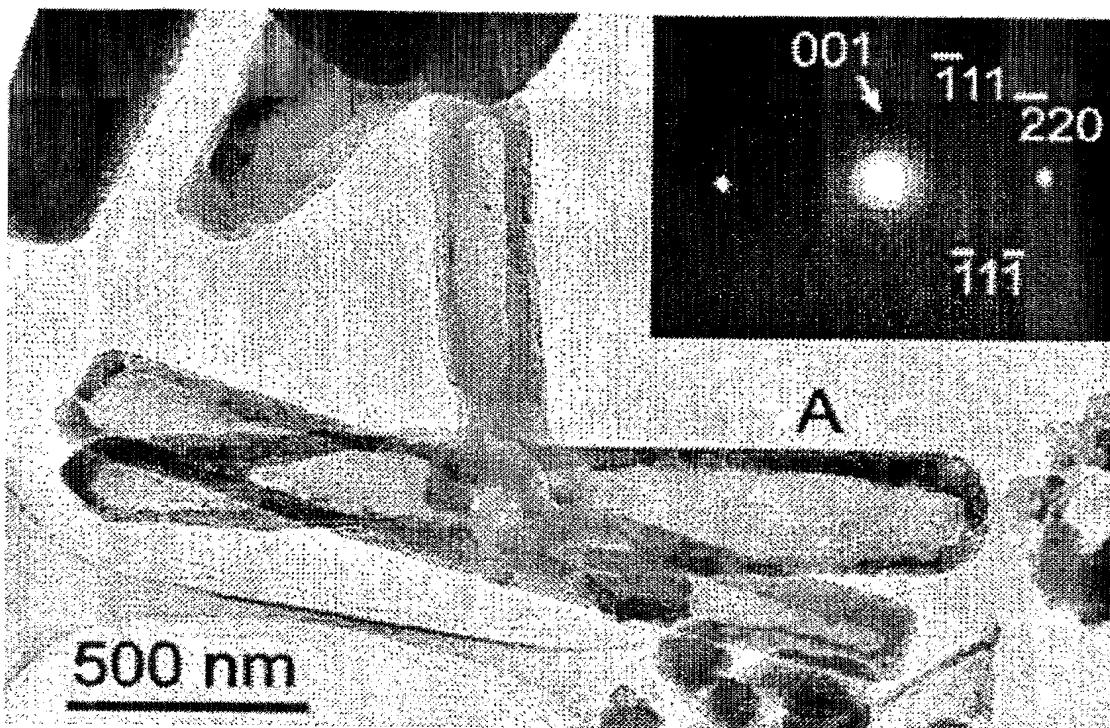
【図11】



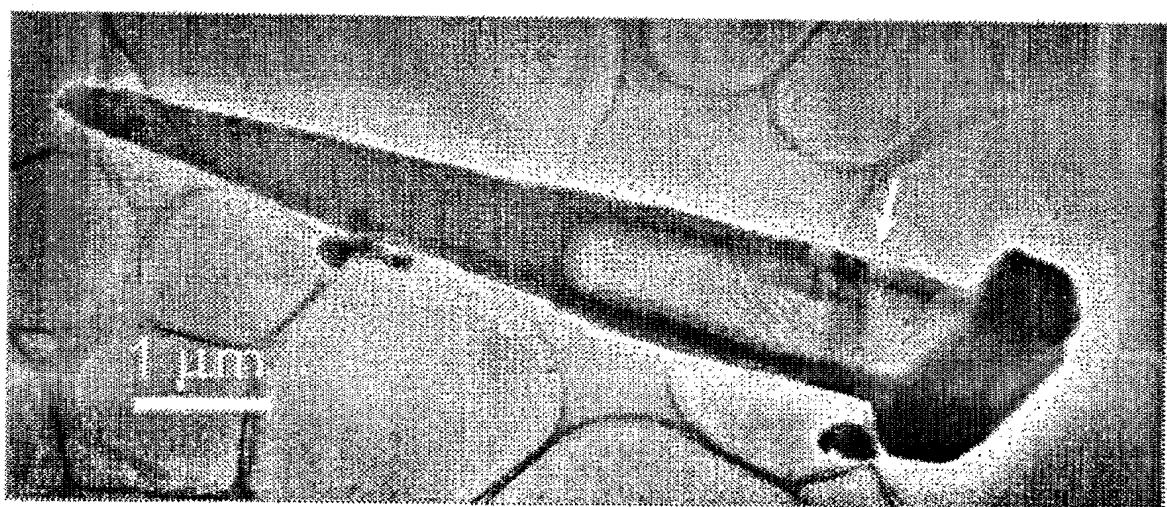
【図12】



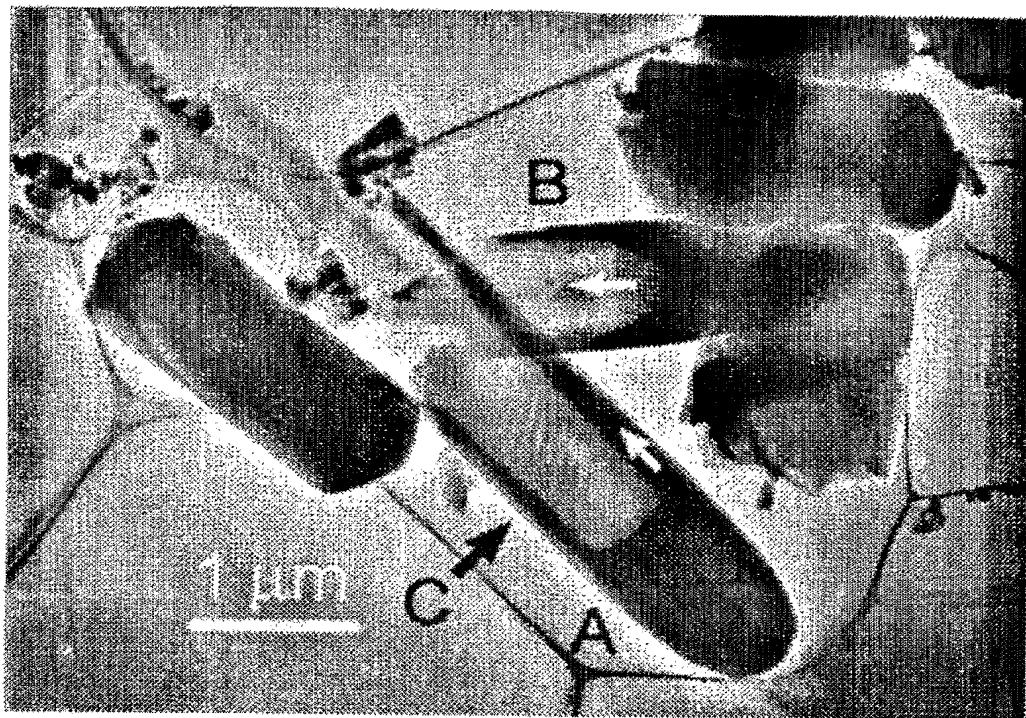
【図13】



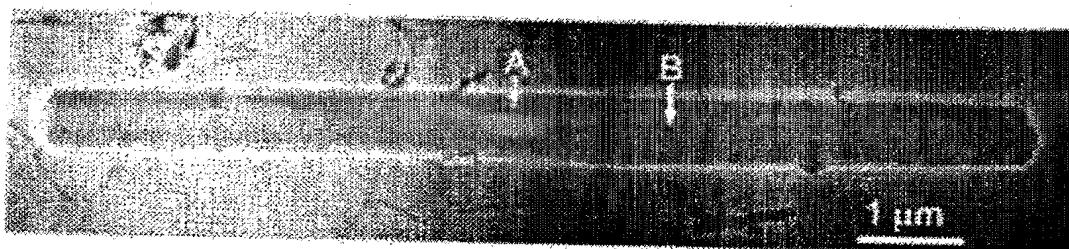
【図14】



【図15】



【図16】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】 新規な形状的特徴を持つフラー・レンを提供すること。

【解決手段】  $C_{60}$ や $C_{60}$ 白金誘導体などのフラー・レン分子から構成される中空部を有するカプセル状の針状結晶（フラー・レン・シェル・カプセル）を提供する。（1）フラー・レンを溶解している第1溶媒を含む溶液と、前記第1溶媒よりもフラー・レンの溶解能が小さな第2溶媒とを合わせる工程、（2）前記溶液と前記第2溶媒との間に液-液界面を形成する工程、及び（3）前記液-液界面にて炭素細線を析出させる工程を含む液-液界面析出法によって製造する。フラー・レン・シェル・カプセルは、触媒担持材料、プラスチック複合材料素材、水素などのガス貯蔵材料、燃料電池触媒などとしての用途を持つ。

【選択図】 図2

## 認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2004-192223
受付番号	50401097046
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成16年 7月 7日

## &lt;認定情報・付加情報&gt;

【特許出願人】	申請人
【識別番号】	301023238
【住所又は居所】	茨城県つくば市千現一丁目2番1号
【氏名又は名称】	独立行政法人物質・材料研究機構

出願人履歴情報

識別番号

[301023238]

1. 変更年月日

[変更理由]

住所

氏名

2001年 4月 2日

新規登録

茨城県つくば市千現一丁目2番1号

独立行政法人物質・材料研究機構